

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 2 年 1 2 月 1 7 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 2 - 3 6 5 6 6 6  
Application Number:

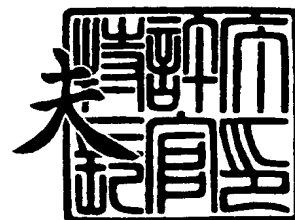
[ST. 10/C] :                      [ J P 2 0 0 2 - 3 6 5 6 6 6 ]

出 願 人                      東 ソ ー 株 式 会 社  
Applicant(s):

2 0 0 3 年    7 月 2 5 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 PA211-0931

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B01J 19/00

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県相模原市旭町 2 3 - 4 - 2 0 6

    【氏名】 川井 明

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県鎌倉市常盤 4 2 2 - 6 - 3 1 5

    【氏名】 松本 進一

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県大和市深見 3 4 0 9 - 1

    【氏名】 片山 晃治

【特許出願人】

    【識別番号】 000003300

    【氏名又は名称】 東ソー株式会社

    【代表者】 土屋 隆

    【電話番号】 (03)5427-5134

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 003610

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

**【書類名】 明細書****【発明の名称】 微粒子製造装置及びこれを利用した微粒子の製造方法****【特許請求の範囲】**

**【請求項 1】** 微粒子を製造するための装置であって、当該装置は微小流路を有する微小流路基板を複数枚積層してなる微小流路構造体を複数有し、前記微小流路構造体に 1 以上の微粒子製造用の流体を供給するための手段と、前記微小流路構造体で生成された微粒子を回収するための手段と、を備えたことを特徴とする微粒子製造装置。

**【請求項 2】** 微粒子製造用の流体が液体であることを特徴とする請求項 1 に記載の微粒子製造装置。

**【請求項 3】** 微粒子製造用の流体がゲル製造用原料を含む液体及びゲル製造用分散剤を含む液体であることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の微粒子製造装置。

**【請求項 4】** 微粒子製造用の流体を供給するための手段が圧送方式によるものであり、かつ前記微小流路構造体に供給する液体の脱気する手段を備えたことを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

**【請求項 5】** 微小流路構造体へ流体を供給するための分配器と、微小流路構造体で生成された微粒子を回収するための集約器と、を備えたことを特徴とする請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

**【請求項 6】** 微粒子製造用の流体を供給するための手段として微小流路構造体に予めゲル製造用分散剤を含む液体を一時的に供給する手段を備え、前記微小流路構造体を構成する微小流路内をゲル製造用分散剤を含む液体で満たすことを特徴とする請求項 3 ～ 5 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

**【請求項 7】** 微小流路構造体に液体を供給する際に、前記微小流路構造体内に生じる排圧を調整するための手段を備えたことを特徴とする請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

**【請求項 8】** 微小流路構造体を洗浄するための手段を備え、その洗浄手段が微粒子製造用の流体が送液される方向に対して順方向又は逆方向に液体を洗浄できる機構を有していることを特徴とする請求項 1 ～ 7 のいずれかに記載の微粒子製

造装置。

【請求項 9】微小流路構造体を構成する微小流路を乾燥させるための気体を供給する手段を備えることを特徴とする請求項 1～8 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

【請求項 10】ゲル製造用原料を貯蔵するタンクへの自動供給手段と、生成された微粒子を回収するためのタンクからの自動移送手段とを備えていることを特徴とする請求項 3～9 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

【請求項 11】微小流路構造体に供給する微粒子製造用の流体を貯蔵するためのタンクと、微小流路構造体で生成された微粒子を回収するためのタンクと、微小流路構造体に温度制御可能な手段と、を備えたことを特徴とする請求項 1～10 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

【請求項 12】微小流路構造体へ微粒子製造用の流体を供給する際に、当該微粒子製造用の流体の供給量を調整するための複数のバルブを備え、前記複数のバルブを調整することで所定の供給流量に調整するための機能を備えたことを特徴とする請求項 1～11 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

【請求項 13】微小流路構造体への微粒子製造用の流体の供給、微小流路構造体で生成された微粒子の回収、微小流路構造体の洗浄、乾燥のいずれか 1 以上の処理において、自動制御可能な手段を備えたことを特徴とする請求項 1～12 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

【請求項 14】微粒子製造装置が密閉型構造であることを特徴とする請求項 1～13 のいずれかに記載の微粒子製造装置。

【請求項 15】微小流路を有する微小流路基板を複数枚積層してなる微小流路構造体に、微粒子製造用の分散相及び連続相を、前記微小流路構造体に備えられた導入口及びそれに連通する導入流路を通じて導入し、前記分散相と連続相とが微小流路において合流して微粒子を生成させ、得られた微粒子を含む媒体を前記微小流路構造体に備えられた排出流路及びそれに連通する排出口を通じて排出し、微粒子を回収することを特徴とする微粒子の製造方法。

【請求項 16】微小流路が Y 字型であり、分散相と連続相を微小流路構造体の別の導入口から導入させて微小流路で合流させて微粒子を生成させることを特徴

とする請求項 15 記載の微粒子の製造方法。

【請求項 17】分散相を導入するための導入流路と連続相を導入するための導入流路とが交わる角度を変化させて生成する微粒子の粒子径を制御することを特徴とする請求項 16 記載の微粒子の製造方法。

【請求項 18】分散相及び連続相を導入するための導入流路と、生成された微粒子を排出させるための排出流路の流路断面のアスペクト比（流路の深さ／幅）が 0.30 以上 3.0 未満である微小流路を用いて微粒子を生成する請求項 15～17 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

【請求項 19】導入流路の幅と排出流路の幅との関係において、導入流路の幅  $\geq$  排出流路の幅である Y 字型微小流路を用いて微粒子を生成することを特徴とする請求項 15～18 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

【請求項 20】分散相を導入するための導入流路と連続相を導入するための導入流路とが交差する合流部から、生成された微粒子を排出するための排出流路の一部の部位において、排出流路の幅が狭くなっている Y 字型微小流路を用いて微粒子を生成することを特徴とする請求項 15～19 のいずれかに記載の微粒子の製造方法。

【請求項 21】生成された微粒子を排出する排出流路の幅が狭くなっている部位が、排出流路中の合流部又はその近傍にある Y 字型微小流路を用いて微粒子を生成することを特徴とする請求項 20 記載の微粒子の製造方法。

【請求項 22】生成された微粒子を排出する排出流路の幅が狭くなっている部位が、排出流路中の合流部の分散相を導入するための導入流路側にある Y 字型微小流路を用いて微粒子を生成することを特徴とする請求項 20 又は請求項 21 に記載の微粒子の製造方法。

#### 【発明の詳細な説明】

#### 【0001】

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、分取、分離用カラム充填剤等に用いられるゲル粒子などを製造用として好適に用いられる微粒子製造装置であり、また、微粒子を生成するための微粒子の製造方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

微粒子を製造する方法として、従来から懸濁重合法が知られている。この方法は重合開始剤を溶かしたモノマーを分散安定剤の助けで水中に油滴状に分散し、それぞれの油滴中で重合を進め、固体粒子を得るものである。この懸濁重合法は、攪拌される系での重合であり、モノマー油滴がポリマー粒子に変わるまでの間に、合一、再分散が繰り返される。粒子の大きさはモノマー／水比、分散安定剤の影響を強く受け、容器の形状、攪拌方法によって左右される。メカニズムの上から粒子径分布の広がり狭めにくく、更に制御しにくく、粒子径分布の狭い微粒子を作製することは困難である。

## 【0003】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上記の問題を解決し、粒度分布の狭い均一な粒径を有した微粒子を製造することが出来る微粒子製造装置及びこの装置を利用した微粒子の製造方法を提供することにある。

## 【0004】

## 【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題に対し、微小流路を有する微小流路基板を複数枚積層してなる微小流路構造体を複数有し、微小流路構造体に1以上の微粒子製造用の流体を供給するための手段と、微小流路構造体で生成された微粒子を回収するための手段と、を備えた装置を用いることで、上記課題を解決できることを見出した。さらに、このように微粒子を生成させるために、微小流路を有する微小流路基板を複数枚積層してなる微小流路構造体に、微粒子製造用の分散相及び連続相を、微小流路構造体に備えられた導入口及びそれに連通する導入流路を通じて導入し、分散相と連続相とが微小流路において合流して微粒子を生成させ、得られた微粒子を含む媒体を微小流路構造体に備えられた排出流路及びそれに連通する排出口を通じて排出し、微粒子を回収することで、本発明の目的を達成できることも見出し、遂に本発明を完成するに至った。

## 【0005】

以下、本発明を詳細に説明する。

#### ＜微粒子製造装置＞

本発明の微粒子製造装置は、図 1 に示すように、微粒子を製造するための装置であり、微小流路を有する微小流路基板を複数枚積層してなる微小流路構造体 5（図 1 中では、5 つの微小流路構造体として、5 a～5 e が示される。）を複数有し、微小流路構造体 5 に 1 以上の微粒子製造用の流体である、微粒子製造用の原料や分散剤等の微粒子製造に係わる材料とを供給する手段と、前記複数の微小流路構造体 5 で生成された微粒子を回収する手段とを備えたことを特徴とする。なお、上記微小流路構造体は微小流路を有するものであるが、この微小流路は 1 又は 2 以上が 1 枚の基板に存在しておればよく、さらに 2 以上の複数存在しておれば、微粒子製造をより効率的に行うことができるため、好ましい態様となる。

#### 【0006】

微粒子製造用の流体として液体であれば、後の述べる流体の送液方法として圧力送液方式（圧送方式ともいう）を採用する際には好適となり、さらに、微粒子を製造するための原料等として、微粒子製造用の流体がゲル製造用原料を含む液体及びゲル製造用分散剤を含む液体であることが好ましい。

#### 【0007】

この微小流路構造体 5 に 1 以上の微粒子製造用の流体を供給するための手段が圧送方式であれば、これにより前記複数の微小流路構造体 5 への原料の供給時に脈動のない安定した供給が可能となり、前記複数の微小流路構造体 5 で安定した微粒子の生成が可能となる。

#### 【0008】

また、原料を供給する際に脱気装置 3（図 1 中では、脱気装置 1 及び脱気装置 2 として、それぞれ、3 a、3 b が示される。）を備えたことで、圧送方式で問題とされる微粒子製造用の流体への気体の混入を回避することが可能となり、前記複数の微小流路構造体 5 で安定した微粒子の生成が可能となる。

#### 【0009】

更に、微小流路構造体 5 へ微粒子製造用の流体を供給するための分配器 4（図 1 中では、分配器 1 及び分配器 2 として、それぞれ、4 a、4 b が示される。）

を備え、微小流路構造体 5 で生成された微粒子を回収するための集約器 6 を備えたことで、微小流路構造体 5 への原料の供給から、微小流路構造体 5 で生成された微粒子の回収までの配管を簡素化出来る。

#### 【0010】

微粒子製造用の流体を供給するための手段として、微小流路構造体 5 に予めゲル製造用分散剤を含む液体を一時的に供給する手段を備え、微小流路構造体 5 を構成する微小流路内をゲル製造用分散剤を含む液体で満たすことが可能であり、または微小流路構造体 5 内に生じる排圧を調整する手段 8（図 1 中では、バキュームポンプ 8 が示される。）を備え、微小流路構造体 5 を構成する複数の微小流路を減圧することが可能となっている。これにより、微小流路構造体 5 を構成する複数の微小流路に微粒子製造用の流体の導入が容易となる。

#### 【0011】

微小流路構造体 5 を洗浄する手段を備え、その洗浄手段が微粒子製造用の流体が送液される方向に対して順方向（図 2 a）、あるいは微小流路構造体 5 で生成された微粒子を回収する集約器側から微粒子製造用の流体が送液される方向に対して逆方向に液体を洗浄できる機構を有している（図 2 b）ことで洗浄効果を高めることが可能となっている。これにより、微小流路構造体 5 を構成する複数の微小流路の洗浄が可能となり、複数の微小流路の詰まりを防ぐことが出来る。

#### 【0012】

微小流路構造体 5 に気体を供給する手段を備え、洗浄後に微小流路構造体 5 を構成する複数の微小流路に気体を供給し（図 2 c）、複数の微小流路を乾燥させることが可能となるので、複数の微小流路を清浄な状態を保つことが出来る。

#### 【0013】

微小流路構造体 5 に供給する微粒子製造用の流体を貯蔵するための流体貯蔵タンク 1 と、微小流路構造体 5 で生成された微粒子を回収するための回収タンク 7 a を備え、微粒子製造用の流体を流体貯蔵タンク 1 への自動供給手段と、微小流路構造体 5 で生成された微粒子を回収タンク 7 a から自動移送手段を備えており、原料タンク 1 への自動供給及び回収タンク 7 a からの自動移送が可能となるので、流体貯蔵タンク 1 及び回収タンク 7 a の貯蔵量に依存しない連続製造も出来



る。

#### 【0014】

流体貯蔵タンク 1、回収タンク 7 a 及び微粒子生成ユニットに温度制御可能な手段 9（図 1 中では、9 a～9 d が示される）を備えているので、本発明の微粒子製造装置の設置場所に依存しない安定した微粒子製造用の流体の供給と、微小流路構造体 5 で生成された微粒子を安定した状態で保持することが出来る。

#### 【0015】

微小流路構造体 5 へ微粒子製造用の流体を供給する際に、微粒子製造用の流体の供給量を調整するための複数のバルブ 10、11 を備え、この複数のバルブ 10（図 1 中では、バルブ 10 a 及び 10 b として示される。）、バルブ 11（図 1 中では、バルブ 11 a 及び 11 b として示される。）を調整することで所定の供給流量に調整することが可能となり、微小流路構造体 5 を構成する複数の微小流路で生成する微粒子の生成条件を変えることが可能となり、複数の微小流路での微粒子生成の開始時に、安定した微粒子生成状態を得ることが可能となるので、実製造までの立ち上げ時間を短縮することが出来る。

#### 【0016】

微小流路構造体 5 への微粒子製造用の流体の供給、微小流路構造体で生成された微粒子の回収、及び微小流路構造体の洗浄、乾燥の一連の動作では、いずれか 1 以上の処理において自動制御可能な手段を備えているので、バルブ操作などの煩雑な操作が不要となる。

#### 【0017】

本発明の微粒子製造装置は、その装置が密閉型構造であることを特徴とする。

#### 【0018】

また、本発明の微粒子製造装置は、必要に応じて、生成された微粒子を連続的に重合する、あるいはある一定時間で生成した微粒子を回収タンクで回収し、その後重合することも可能となる。

#### <微粒子の製造方法>

次に本発明の微粒子製造方法は、微小流路を有する微小流路基板を複数枚積層してなる微小流路構造体に、微粒子製造用の分散相及び連続相を、微小流路構造

体に備えられた導入口及びそれに連通する導入流路を通じて導入し、分散相と連続相とが微小流路において合流して微粒子を生成させ、得られた微粒子を含む媒体を微小流路構造体に備えられた排出流路及びそれに連通する排出口を通じて排出し、微粒子を回収する方法である。

#### 【0019】

より具体的には、図3に示されるように、分散相を導入するための導入流路13と連続相を導入するための導入流路14と、分散相及び連続相により生成された微粒子を排出させるための排出流路15を備えたY字型微小流路12を用いて微粒子を製造する方法であり、前記Y字型微小流路12における導入流路の合流する部分16（合流部）で微粒子を製造する方法である。図4には、より具体的に微粒子の生成について示す。ここで、微粒子を製造するための微小流路はY字型微小流路に限定されず、微粒子が製造できる微小流路であればよい。さらに、微小流路がY字型とし、微粒子製造用の流体である分散相と連続相とを微小流路構造体の別の導入口から導入させて微小流路で合流させて微粒子を生成させるとよい。

#### 【0020】

本発明の微粒子製造方法において用いられる分散相とは微粒子製造用の流体であって、微小流路により微粒子を生成させるための液状物であり、例えば、反応性モノマー、架橋剤、重合開始剤等のゲル製造用原料を適当な溶媒に溶解した媒体を指す。ここで分散相としては、本発明が微粒子を効率的に生成させることを目的としており、この目的を達成させるためであれば微小流路を送液できるものであれば特に制限されず、さらに微粒子を形成させることができればその成分も特に制限されない。また、分散相中に一部固体状物が混在したスラリー状のものであっても差し支えない。

#### 【0021】

本発明の微粒子製造方法において用いられる連続相とは微粒子製造用の流体であって、微小流路により分散相より微粒子を生成させるために用いられる液状物であり、例えば、ポリビニルアルコールのゲル製造用の分散剤を適当な溶媒に溶解した媒体を指す。ここで連続相としては分散相と同様に、微小流路を送液でき

るものであれば特に制限されず、さらに粒子を形成させることができればその成分は特に制限されない。また、連続相中に一部固体状物が混在したスラリー状のものであっても差し支えない。

#### 【0022】

さらに、分散相と連続相とは微粒子を生成させるために、実質的に交じり合わないあるいは相溶性がないことが必要であり、例えば、連続相として水相を用いた場合に分散相としては水に実質的に溶解しない有機相が用いられることとなる。また、連続相として有機相を用いた場合にはその逆となる。

#### 【0023】

図3に示されるように、これらの分散相と連続相とをY字型微小流路12の導入流路13、14より導入し、両者が合流する合流部16で微粒子を生成させるものであるが、分散相を導入するための導入流路13と連続相を導入するための導入流路14とが交わる角度( $\theta$ )を変化させることで、生成する微粒子の粒子径を制御することが可能であるY字型微小流路12を用いた微粒子製造方法である。導入流路が交わる角度( $\theta$ )の設定については、目的とする微粒子の粒子径に応じて適宜決めればよい。

#### 【0024】

分散相を導入するための導入流路13と、連続相を導入するための導入流路14と、分散相及び連続相により生成された微粒子を排出させるための排出流路15を備えたY字型微小流路12において、流路断面のアスペクト比(流路の深さ／幅の比)が0.30以上3.0未満である微小流路用いた微粒子の製造方法である。アスペクト比がこの範囲にあれば、合流部16において均一な微粒子を生成させることができる。この範囲を逸脱して、アスペクト比が0.30未満となると均一な微粒子を生成させることが困難となることがある。

#### 【0025】

分散相を導入するための導入流路13と連続相を導入するための導入流路14の幅及び深さが等しい場合には上記の効果に加え、微小流路の設計が容易となり、また、送液時の制御もより容易となって、工業的量産に好適となる。また、導入流路13、14の幅と排出流路15の幅との関係において、導入流路の幅 $\geq$ 排

出流路の幅であれば、導入流路の幅＝排出流路の幅よりも、送液流速を増加しても合流部 16 において均一な微粒子の生成が可能となり、微粒子生成速度を増加させることができるという効果を奏することができ、好ましい態様となる。

#### 【0026】

排出流路の幅としては、分散相を導入するための導入流路と連続相を導入するための導入流路とが交差する合流部から、生成された微粒子を排出するための排出流路の一部の部位において、図 5 に示すように排出流路の幅が狭くなっていることが好ましい。すなわち、微粒子排出口に至るまでの間の内、導入流路 13、14 と排出流路 15 の合流部 16 において部分的に狭くするあるいは分散相流路に沿った流路構成壁に凸部 17 を形成することで送液流速を増加しても合流部 16 において均一な微粒子の生成が可能でありかつ、送液圧力の上昇を緩和することが可能とすることができ、好ましい態様となる。

#### 【0027】

この排出流路 15 の幅が狭くなっている部位が、排出流路 15 中の合流部 16 又はその近傍にあることが好ましく、特に、排出流路 15 の幅が狭くなっている部位が、分散相の導入流路 13 側にあることが好ましい。これらの流路を本明細書において Y 字型微小流路 12 と言い、この Y 字型微小流路 12 を用いた微粒子製造方法である。

#### 【0028】

また、図 6 に示すように上記に示した Y 字型微小流路 12 を複数備えた微小流路基板 18 を用いて、Y 字型微小流路 12 に形成された合流部 16 で微粒子を製造する方法である。本明細書においては複数の Y 字型微小流路 12 を備えた基板を微小流路基板 18 と言うこともある。

#### 【0029】

上記した複数の微小流路基板 18 への分散相及び連続相の供給には、その微小流路の上下方向に複数の微小流路に分散相及び連続相を供給するための図 7 に示すように貯蔵空間 21、22（以後リザーバ流路基板 19、20 と呼ぶ）を配置されている。

#### 【0030】

ここで、リザーバ流路基板 19、20 及び微小流路基板 18 は任意の厚みを持った基板上に微細加工技術、切削技術、成形技術等を用いて作製され、ガラス材として石英ガラス、青板ガラス、パイレックス（登録商標）ガラス基板等を用いるのが好ましく、また樹脂基板を用いる場合はポリカーボネート、ナイロン、ポリエーテルイミド等で形成されるのが好ましいが、耐熱性・耐薬品性により変更することは可能である。リザーバ流路基板 19、20 及び微小流路基板 18 は熱融着、UV 硬化樹脂、熱硬化樹脂あるいは圧着法等により接合され、各基板の間に Oリング、シーリング材等により接続されていても良い。

### 【0031】

本発明の微粒子製造方法は、上記した複数の Y 字型微小流路 12 を備えた微小流路基板 18 を複数枚積層し、更に図 8 に示すように、上下方向に分散相及び連続相を供給するためのリザーバ流路基板 19、20 で構成された構造 5（以下微小流路構造体）であって、複数の微小流路構造体 5 に構成する Y 字型微小流路 12 に形成された合流部 16 において、微粒子を製造する方法であり、工業的量産に好適となる。

### 【0032】

#### 【発明の実施の形態】

以下では、本発明の実施例を示し、更に詳しく発明の実施の形態について説明する。なお、本発明は以下の実施例に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲で、任意に変更可能であることは言うまでもない。

#### （実施例 1）

本発明の第 1 の実施例における微粒子製造装置の構成を図 9 に示す。図 9 に示すよう N<sub>2</sub>ガス供給部、原料を貯蔵する原料タンクユニット部（原料タンク 1、洗浄液タンク 2 及び脱気装置 3）、5 つの微小流路構造体 23 で構成された微粒子生成ユニット部、生成された微粒子を回収又は洗浄時の廃液を貯蔵する回収タンクユニット部（回収タンク 7a 及び廃液タンク 7b）及びそれら接続する配管、バルブ類から構成させる。N<sub>2</sub>ガス供給部は配管を介して原料タンク 1 又は洗浄液タンク 2 へ N<sub>2</sub>ガスが供給され、これにより原料及び洗浄液の供給が可能となる。

## 【0033】

本実施例において、原料タンク 1 a は分散相としてモノマー（スチレン）、酢酸ブチル、過酸化ベンゾイルの混合液を、原料タンク 1 b は連続相としてポリビニールアルコール 3 % 水溶液を、洗浄液タンク 2 a には洗浄液としてエタノールを、更に洗浄タンク 2 b には洗浄液として純水を用いた。実施例においては、5 つの微小流路構造体 2 3 で微粒子ユニット部を構成したが、これに限定するものではない。更に必要に応じて原料タンク 1 の温度制御 9 も可能である。微粒子生成ユニットは、微粒子を生成する 5 つの微小流路構造体 2 3 に分散相及び連続相を供給するための分配器 4 と、5 つの微小流路構造体 2 3 で生成された微粒子をまとめる集約器 6 及びそれらの接続する配管、バルブ類で構成される。更に、原料タンク 1 と分配器 4 に間に脱気装置 3 が設置されている。微粒子生成ユニットで生成された微粒子又は洗浄時の廃液は、微粒子ユニット内の集約器 6 で 1 つにまとめられ、回収タンク 7 a 又は廃液タンク 7 b へ配管、バルブ類を介して接続、貯蔵される。

## 【0034】

次に微粒子生成ユニットを構成する微小流路構造体 2 3 は、5 インチのパイレックス（登録商標）ガラスとし、図 10 に示すように基板上に 100 本の Y 字型微小流路 1 2 が形成され、更に所定の位置に貫通穴を形成した微小流路基板 2 4 と、微小流路が形成された面を覆うように所定の位置に貫通穴を形成したカバー基板 3 3 とが熱融着により接合した。また、100 本の Y 字型微小流路 1 2 へ分散相及び連続相を供給するためのリザーバ流路基板 2 6、2 7 は、分散相と連続相を一時的に貯蔵するリザーバ部 2 8、2 9、及び Y 字型微小流路 1 2 へ原料を供給する放射状に配置されたと供給流路 3 0、3 1 を形成し、更に所定の位置に予め貫通穴を形成し、リザーバ流路基板 2 6、2 7 と、リザーバ部 2 8、2 9 及び供給流路 3 0、3 1 が形成された面を覆うように、所定の位置に貫通穴を形成したカバー体 3 3 とが熱融着により接合されている。原料の導入はリザーバ流路基板 2 6、2 7 中央に形成した貫通穴 3 2 より導入する。上記接合した微小流路基板を 3 枚と、その上下方向にリザーバ流路基板 2 6、2 7 を積層し、微粒子を生成する微小流路構造体 2 3 を構成した。微小流路基板 2 4 の Y 字型微小流路 1

2、リザーバ流路基板 26、27 のリザーバ部 28、29 及び供給流路 30、31 はウェットエッチングにより形成した。積層する 3 枚の微小流路基板 24 及び上下方向に配置される 2 枚のリザーバ流路基板 26、27 の間には、各基板間をシールするための所定の位置に貫通穴を予め形成したパッキン 34 を介して積層されている。以上の基板及びパッキン 34 を固定するための金属製の基板ホルダー 35 により、積層された基板及びパッキン 34 を固定して図 12 に示す微小流路構造体 23 を構成した。

#### 【0035】

次に実施例における微粒子製造用装置を用いて生成した微粒子の粒子径及び分散度を図 13 に示す。5 つの微小流路構造体で生成された微粒子の平均粒子径は  $8.5 \mu\text{m}$  で、分散度（＝標準偏差／平均粒径）は 9.7% と分散性の良好な微粒子を得た。

#### 【0036】

本実施例においては 5 つの微小流路構造体 23 を微粒子生成ユニットとして構成したが、微粒子生成ユニットを構成する微小流路構造体数 23 は任意に変更することが可能である。また、本実施例においては微粒子製造用装置としたが、微粒子を生成する微小流路構造を化学反応に適した流路とし、この流路で構成した微小流路構造体に変更することで、化学反応生成物を生成する化学反応製造装置となることは言うまでもない。

#### 【0037】

##### 【発明の効果】

本発明の微粒子製造装置によれば、装置の小型化、安定した原料の供給、並びに供給から回収までの配管の簡素化が可能となる。更に本発明の微粒子製造方法によれば、粒度分布の狭い均一な粒径を有した微粒子を製造することが可能となり、工業的量産に好適な微粒子製造装置及びその製造方法が提供される。

##### 【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明における微粒子製造装置のブロック図である。

【図 2】 本発明における微粒子製造装置の洗浄法を示す図である。

【図 3】 本発明における微粒子製造装置に用いる Y 字型微小流路を示す図であ

る。図 3 中、C-C' で示される部分は、それぞれ流路の断面部分を拡大したものである。

【図 4】本発明における微粒子製造方法を示す図である。

【図 5】本発明における微粒子製造装置に用いる Y 字型微小流路を示す図である。図 5 中、右図は合流部 16 を拡大したものである。

【図 6】本発明における微粒子製造装置に用いる微小流路基板を示す図である。

【図 7】本発明における微粒子製造装置に用いるリザーバ流路基板を示す図である。

【図 8】本発明における微粒子製造装置に用いる微小流路構造体を示す図である。

【図 9】実施例 1 における微小流路製造装置のブロック図である。

【図 10】実施例における微小流路基板を示す図である。図 10 中、右図は Y 字型微小流路 25 を拡大したものである。

【図 11】本発明におけるリザーバ流路基板を示す図である。

【図 12】実施例における微小流路構造体を示す図である。

【図 13】実施例における粒径分布を示す図である。図 13 中、X 軸（横軸）は微粒子の粒径（単位は  $\mu\text{m}$ ）を示し、Y 軸（縦軸）は各粒径の粒子の頻度（%）を示す。

#### 【符号の説明】

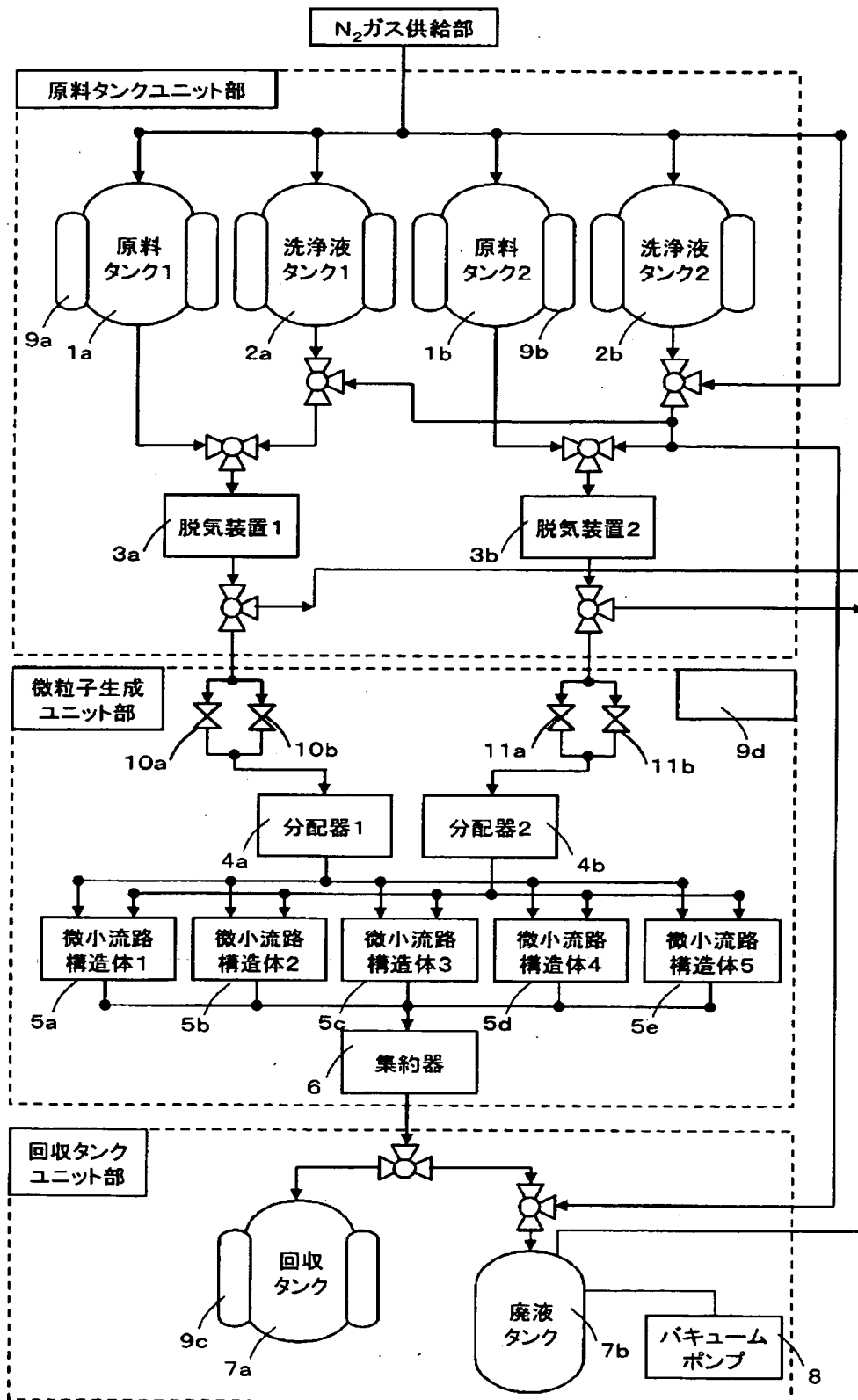
- 1：原料タンク
- 2：洗浄液タンク
- 3：脱気装置
- 4：分配器
- 5：微小流路構造体
- 6：集約器
- 7：回収／廃液タンク
- 7a：回収タンク
- 7b：廃液タンク



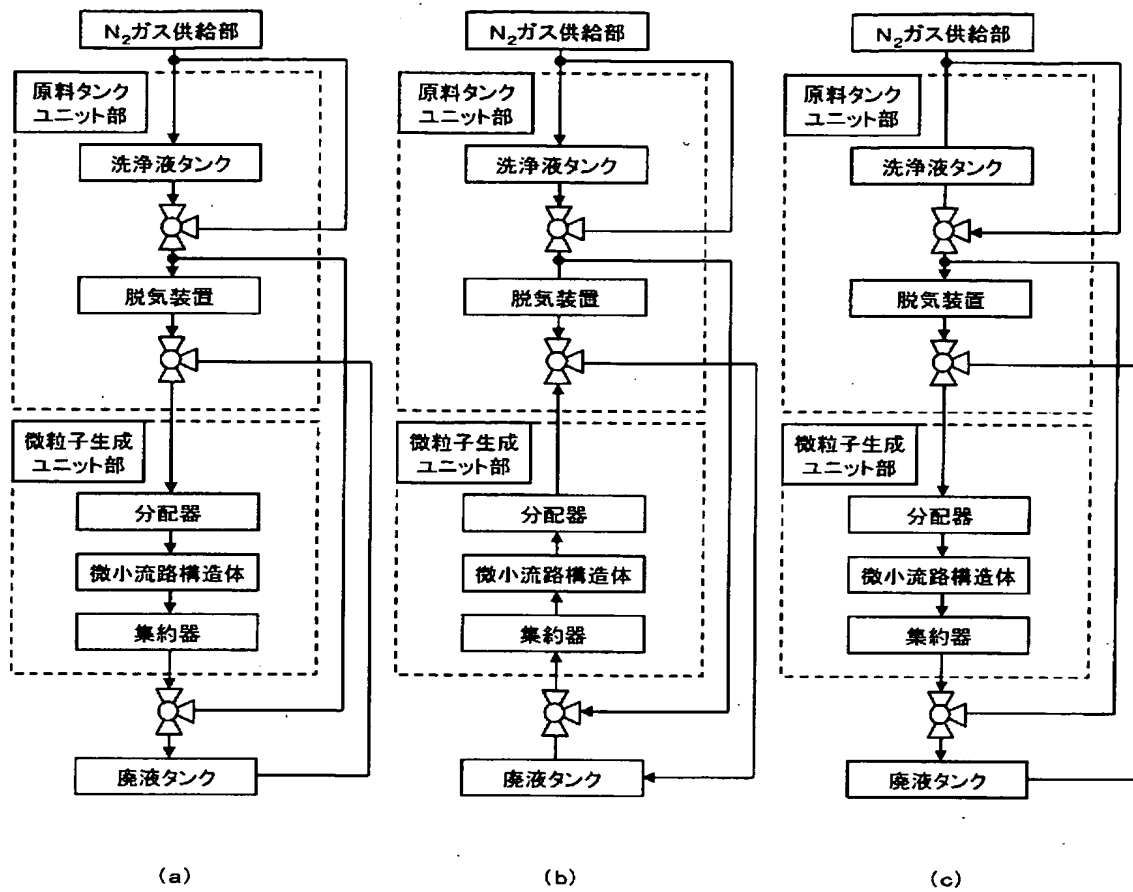
- 8：バキュームポンプ
- 9：温調機構
- 10、11：流量調整バルブ
- 12：Y字型微小流路
- 13：分散相導入流路
- 14：連続相導入流路
- 15：排出流路
- 16：合流部
- 17：凸部
- 18：微小流路基板
- 19、20：リザーバ流路基板
- 21、22：貯蔵空間
- 23：微小流路構造体
- 24：微小流路基板
- 25：Y字型微小流路
- 26、27：リザーバ流路基板
- 28、29：貯蔵空間
- 30、31：供給流路
- 32、33：導入貫通穴
- 33：カラー体
- 34：パッキン

【書類名】 図面

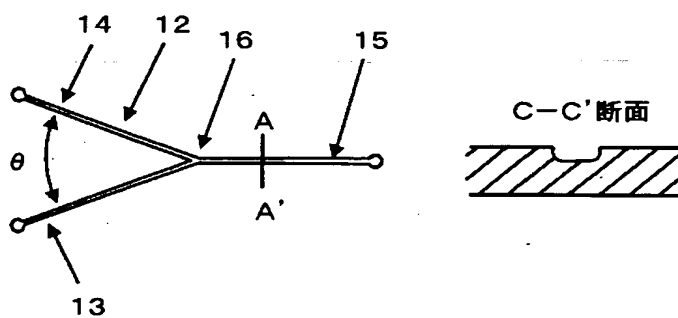
【図 1】



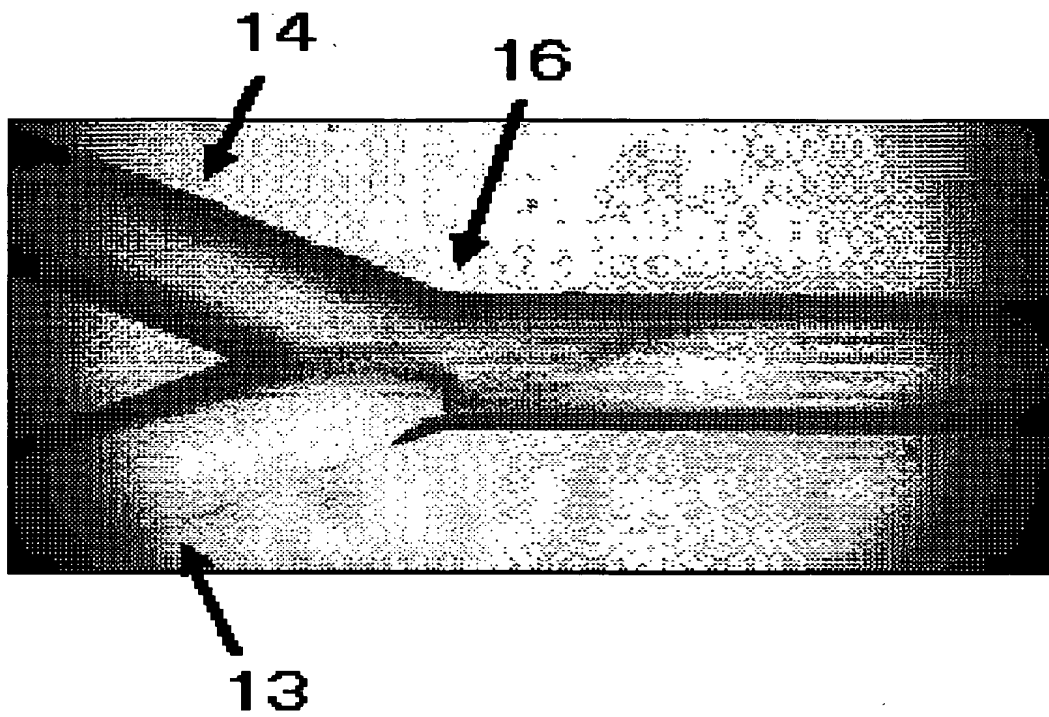
【図 2】



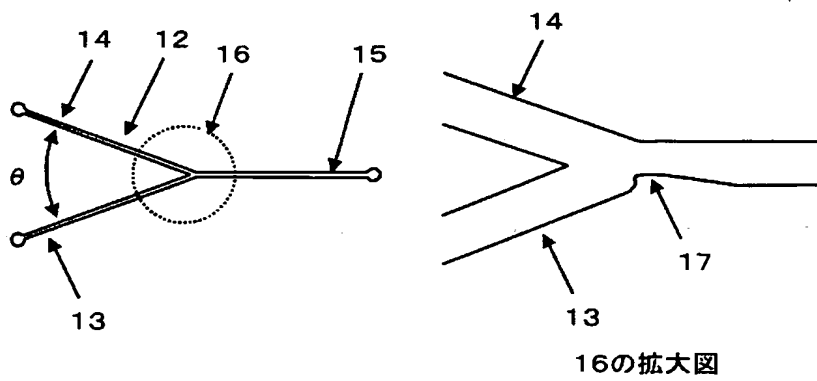
【図 3】



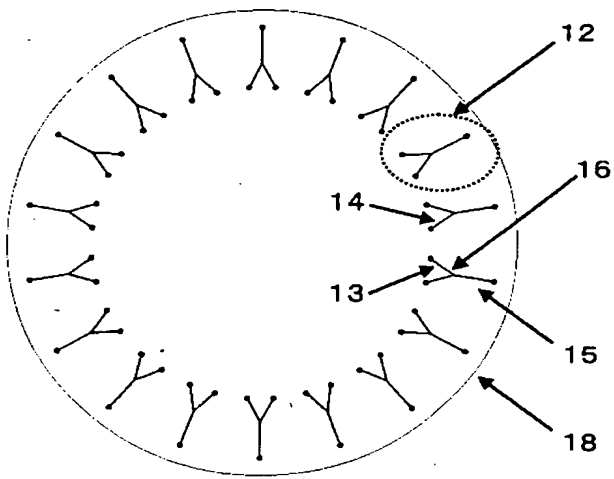
【図 4】



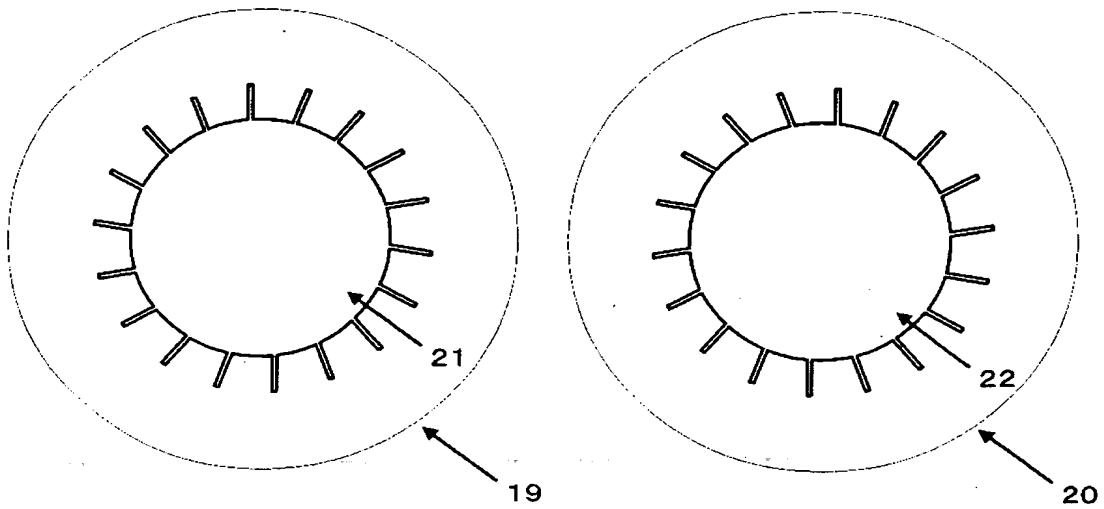
【図 5】



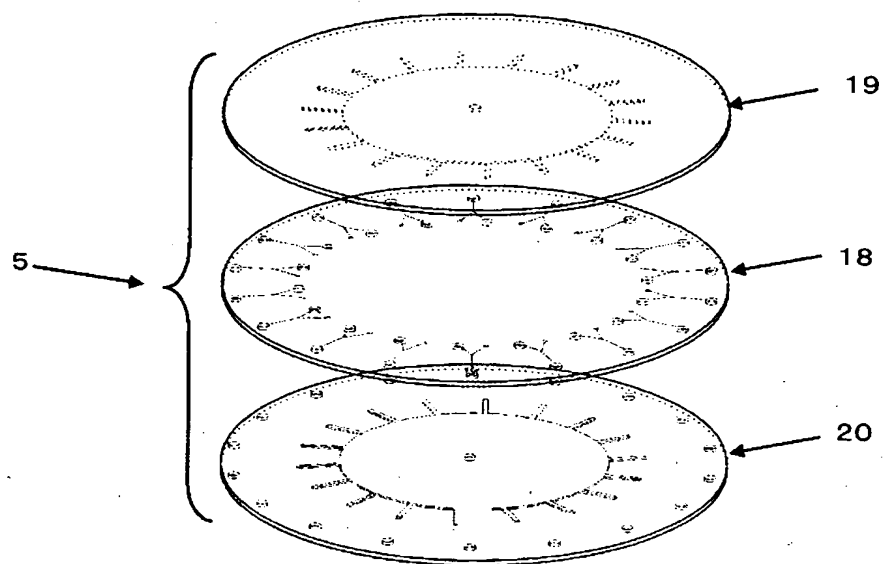
【図 6】



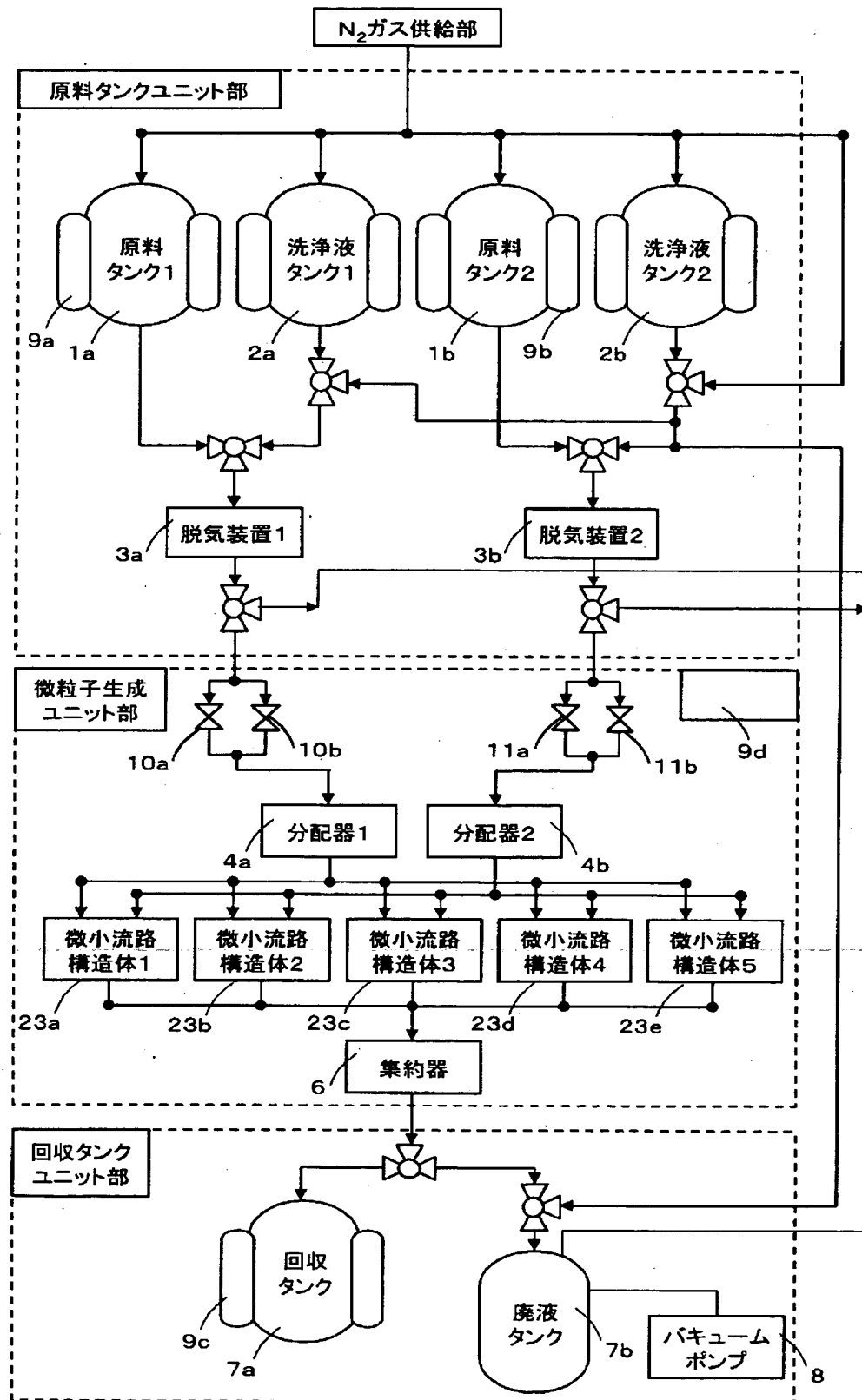
【図 7】



【図 8】

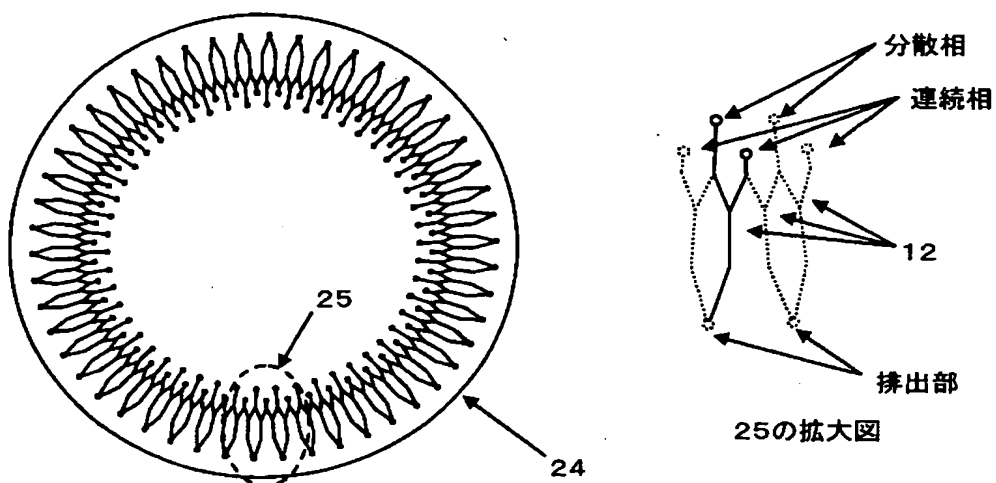


【図 9】

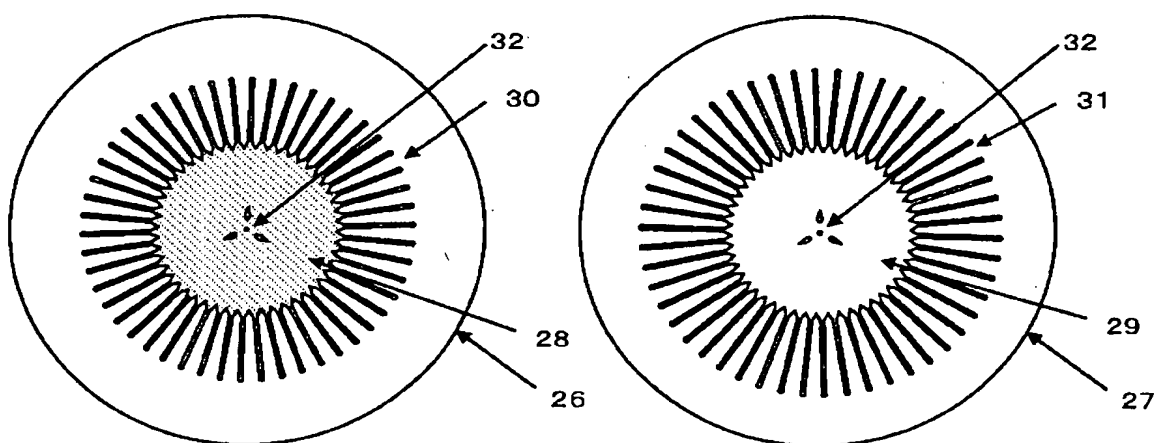




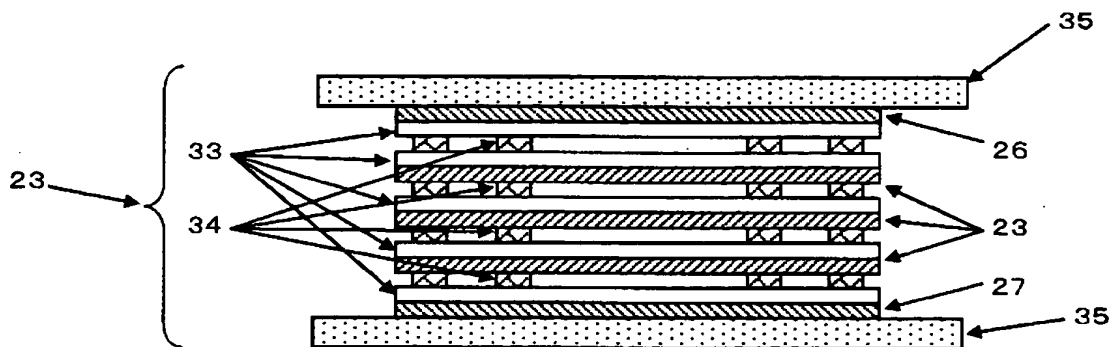
【図 10】



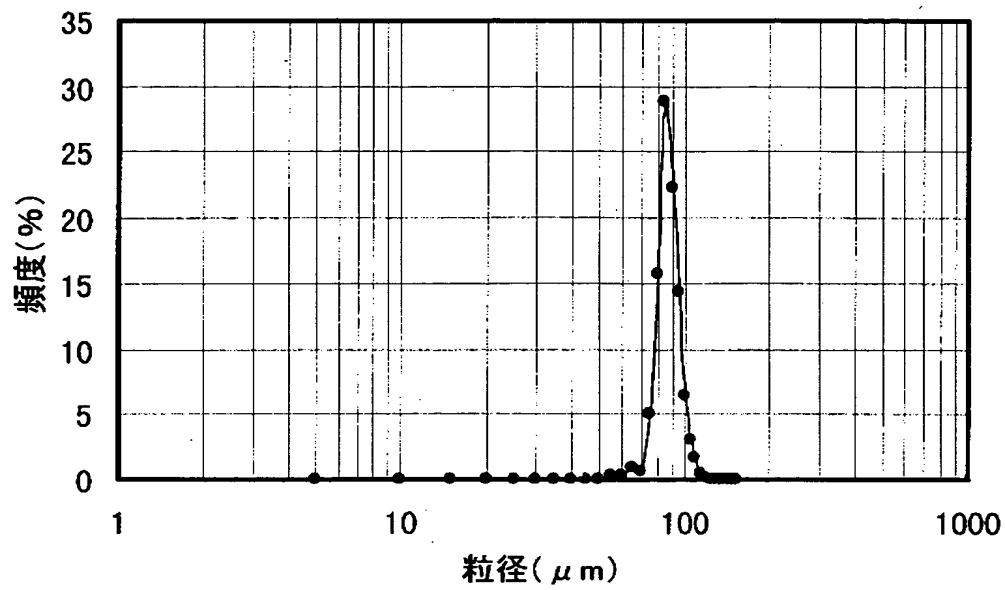
【図 11】



【図 12】



【図 13】



**【書類名】 要約書****【要約】**

**【課題】** 粒度分布の狭い均一な粒径を有した微粒子を製造することが出来る微粒子製造装置及びこの装置を利用した微粒子の製造方法を提供する。

**【解決の手段】** 微小流路を有する微小流路基板を複数枚積層してなる微小流路構造体を複数有し、前記微小流路構造体に 1 以上の微粒子製造用の流体を供給するための手段と、前記微小流路構造体で生成された微粒子を回収するための手段と、を備えた微粒子製造装置及びこれを利用した微粒子の製造方法を用いる。

**【選択図】** なし

## 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-365666
受付番号	50201911547
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成14年12月18日

## &lt; 認定情報・付加情報 &gt;

【提出日】 平成14年12月17日

次頁無

特願 2 0 0 2 - 3 6 5 6 6 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 3 3 0 0 ]

1. 変更年月日      1 9 9 0 年 1 2 月    2 日  
    [変更理由]      住所変更  
                    住 所      山口県新南陽市開成町 4 5 6 0 番地  
                    氏 名      東ソー株式会社
  
2. 変更年月日      2 0 0 3 年    4 月 2 1 日  
    [変更理由]      住所変更  
                    住 所      山口県周南市開成町 4 5 6 0 番地  
                    氏 名      東ソー株式会社